

Université Mohamed Khider – Biskra  
Faculté des Sciences et de la technologie  
Département : Chimie Industrielle



جامعة محمد خيضر بسكرة  
كلية العلوم و التكنولوجيا  
قسم: الكيمياء الصناعية

Mémoire présentée en vue de l'obtention  
du diplôme de Master en : Génie des procédés

étude de l'effet de l'activant sur l'adsorption de potassium éthyle  
xanthate (KEX) sur la surface minérale de la galène

**Option : Génie Chimique**

Présentée par :  
ZENINA LYES

**Devant le jury composé de :**

**Président : BENDJAOUHDO Chaouki**  
**Encadreur : NEDJAR Zohir**  
**Examineur : MERZOUGUI Abdelkrim**

**Promotion Juin 2017**

## **Remerciements**

Je tiens tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant, qui m'a donné la force et la patience d'accomplir ce Modeste travail. Le moment est venu d'exprimer toute ma reconnaissance à mon Encadreur Dr. NEDJAR ZOHIR à l'Université de Mohamed Khider, Biskra de m'avoir fait confiance et son aide durant toute la période du travail.

Je remercie également Dr. ABDELKRIM MERZOUGUI et le Dr. BENDJAOUHDOU CHAOUKI d'avoir accepté d'examiner mon travail.

### Introduction générale

La flottation est un procédé de traitement de minerais. Mise au point vers 1920, c'est la principale technique de séparation physico-chimique utilisée actuellement dans l'industrie minière. Elle permet de séparer les éléments valorisables d'un minerai de leur gangue, lorsque les méthodes plus simples et moins onéreuses ne sont pas applicables (par exemple quand le contraste de densité entre les particules est trop peu marqué, ou quand la maille de libération est trop fine, pour qu'on puisse utiliser la séparation gravimétrique). La flottation est un procédé de séparation d'espèces minérales qui met à profit les différences d'hydrophobie de leurs surfaces. Le mécanisme fondamental de séparation dépend de l'adsorption.

D'un soluté ayant des propriétés de surfactant de ce fait le mélange initial est mis en suspension dans une solution aqueuse contenant des additifs chimiques convenables qui permettent à un constituant dont la surface est rendue aérophile de se fixer sur des bulles d'air et d'être transporté dans une mousse en surface alors que le ou les autres constituants restent dans l'autre phase connue sous le terme de pulpe.

Actuellement son usage a été étendu à plusieurs domaines de séparation industrielle.

Elle peut être utilisée pour la récupération, la concentration et la valorisation de composés solides en suspension de nature diverses (flocs, particules, colloïdes, etc.), de dispersions liquides (huiles, solvant) ou de substances solubles. Comparativement l'application du procédé au traitement des eaux est relativement récente. Et elle devenue même une alternative pour la décantation et le traitement des eaux à potabilité. Son usage a même été étendu au traitement primaire des eaux résiduaires urbaines donc on peut dire que la flottation est en concurrence avec d'autres procédés de séparation tels que la décantation, la filtration, la centrifugation etc., elle mérite une grande attention ce qui explique qu'elle constitue le thème d'un grand nombre de travaux de recherche toujours en cours. Cependant, actuellement, il existe des bases expérimentales assez abondantes mais dont l'interprétation n'est pas toujours aisée, car les phénomènes élémentaires impliqués dans la flottation sont multiples, complexes et la part du temps interagissent les uns avec les autres - Ceci est principalement dû à la difficulté de faire la séparation entre des actions physico-chimiques. [2]

Cette mémoire contient deux chapitres. Dans le premier, concernant la généralité sur la théorie de flottation et l'utilisation des xanthates dans la flottation des sulfures (la galène) Le deuxième chapitre est consacré à la partie expérimentale, pour étudier la détermination qualitative de l'adsorption de potassium éthyle xanthate sur la surface minérale la galène (PbS) .

## II.1 Introduction

Cette partie est consacrée à l'étude qualitative de l'adsorption de potassium éthyle xanthate (KEX) sur la surface minérale la galène dans les conditions de flottation. Le produit obtenu est caractérisé par des méthodes d'analyses spectroscopiques infrarouge (IR) et rayons X (RX)

### II.1.2 Protocole de l'adsorption de KEX sur la galène

- ❖ Pour avoir une pulpe, on doit mélanger 3g de la poudre des particules fine de la galène avec 50ml de l'eau distillé.
- ❖ Addition des gouttes de NaOH  $10^{-1}$ M pour ajuster le pH à 9,5.
- ❖ On ajoute 50ml de  $\text{CuSO}_4$  ;  $\text{ZnSO}_4$  ( $10^{-2}$ M,  $10^{-3}$ M) pour activer la surface minérale de la galène.
- ❖ On ajoute 50ml de KEX au mélange à différentes concentrations ( $10^{-2}$ M,  $10^{-3}$ M)
- ❖ Agitation pendant 10 min.
- ❖ Filtration et séchage à l'air libre.

## II.2 Techniques et appareillage utilisés

### II.2.1 Spectroscopie infrarouge FTIR

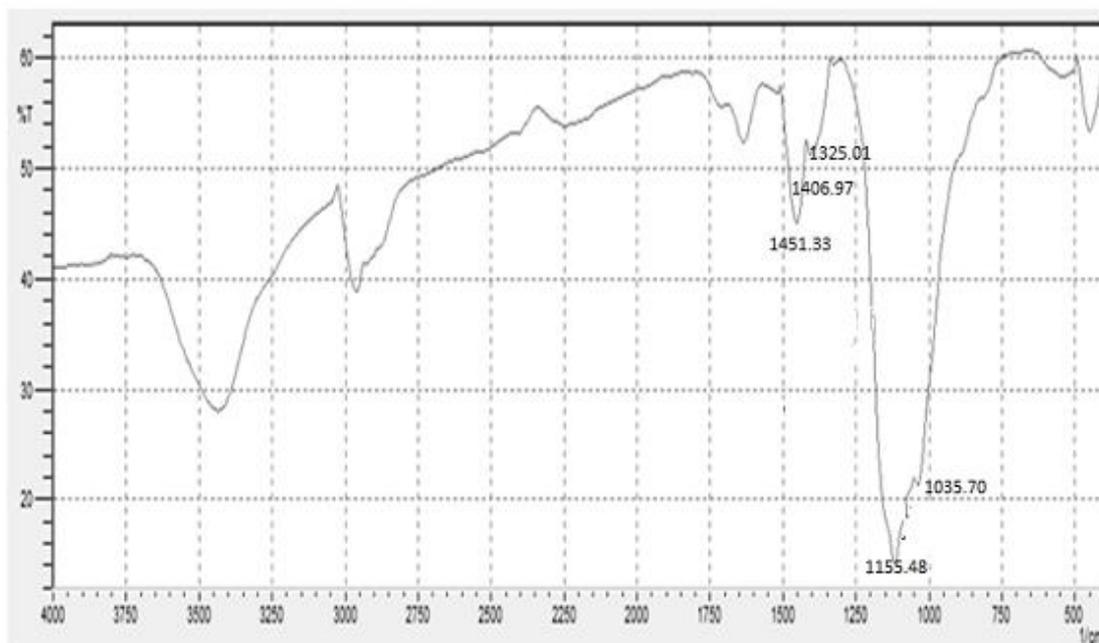
Cette technique est basée sur le fait que l'énergie de vibration de la majorité des molécules organique coïncide avec l'énergie des photons de la région centrale de l'infrarouge en  $4000-400 \text{ cm}^{-1}$ , ce qui permet à ces molécules d'absorber ces photons et donner lieu à des phénomènes de résonance qui peuvent être exploités pour l'identification de leurs structures. Le spectrophotomètre utilisé dans notre cas, de marque japonaise JASCO 460 plus FTIR avec une résolution  $4\text{cm}^{-1}$  et une accumulation automatique des spectres. Les liquides sont examinés par pastillage dans le KBr du produit solide à étudier. Pour cela, on pulvérise finement par broyage dans un mortier d'agate, un mélange de 3 à 10 mg de substance à analyser avec 100 mg de KBr anhydre. La poudre est ensuite placée dans une matrice d'acier inoxydable et soumise à une très forte pression à l'aide d'une presse hydraulique spéciale. Avant et pendant l'application de pression, on évacue l'air en reliant la matrice à une pompe à vide, ceci pour éviter l'apparition de fissures dans la pastille obtenue qui doit être transparente et translucide. [15]

## II.2.2 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est une méthode universellement utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés. En effet, cette méthode ne s'applique qu'à des milieux cristallins (roches, cristaux, minéraux, pigments, argiles....) Présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est à dire un arrangement périodique, ordonné et dans des plans réticulaires tridimensionnels des atomes constitutifs. Les atomes s'organisent donc en plans réticulaires plus ou moins denses qui sont désignés par leur coordonnées (h, k, l) dans un système de repérage de l'espace. La méthode permet ainsi clairement de distinguer les produits amorphes (verres....) des produits cristallisés.

## II.3 Caractérisation de xanthate éthylique de potassium (KEX) par spectroscopie infrarouge

Le spectre infrarouge de potassium éthylique xanthate Figure. (II .1) indique l'apparition des bandes d'adsorption à  $1035-1155 \text{ cm}^{-1}$  et d'autres bandes à  $1325-1451 \text{ cm}^{-1}$  attribuées respectivement aux vibrations des liaisons (C=S) et (O-CS).



**Figure (II .1):** spectre FTIR de xanthate (KEX).

## II.4 Caractérisation de potassium éthyle xanthate (KEX) par RX

Cette méthode utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés.

D'après la figure (II .2), l'angle  $2(\theta)$   $\lambda=11.830$

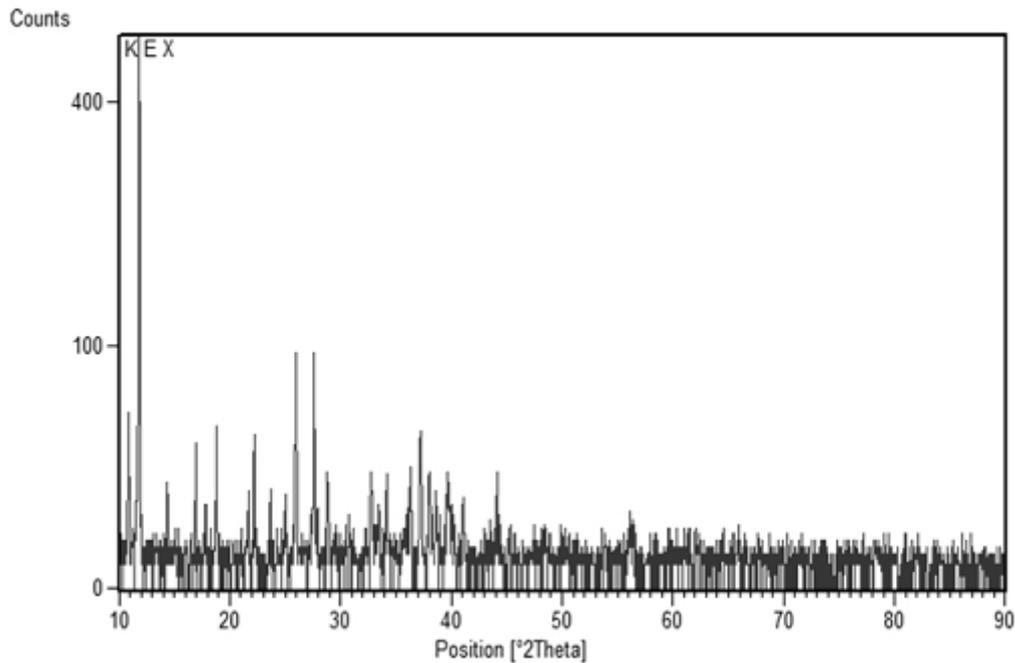


Fig. (II .2): Spectre RX de Xanthate KEX

## II.5 Détermination qualitative de l'adsorption de potassium éthyle xanthate (KEX) sur le sulfure (PbS)

La détermination qualitative de l'adsorption des collecteurs anioniques sur la surface minérale de la galène (PbS,) a été faite par spectroscopie infrarouge, pouvant donner une information directe sur les centres actifs d'adsorption. Pour cela on a procédé à une étude comparative des spectres infrarouge de la galène avant et après traitement de ce dernier par le collecteur approprié dans les conditions opératoires du procédé de flottation. [16]

### II.5.1 Détermination qualitative de l'adsorption de potassium éthyle xanthate (KEX) par spectroscopie infrarouge

L'étude qualitative de l'adsorption des collecteurs sur les surfaces minérales est un facteur essentiel pour l'élaboration de technologie d'enrichissement et de concentration des minerais par flottation [17]

L'hydrophobicité de surface nécessaire à la flottation est obtenue en raison de la grande longueur de chaîne hydrocarbonée des collecteurs utilisés et la concentration de ces collecteurs doit rester suffisamment basse pour éviter la formation des micelles de surface.

En effet s'il se forme une deuxième couche sur la surface solide, elle présentera vers l'extérieur la partie polaire du collecteur et donnera initialement une hydrophobie de surface au solide. Cette hydrophobie de surface pourra disparaître.

Au cours de la flottation anionique, la charge de surface minérale que l'on désire flotter, est elle seule doit être positive, afin d'obtenir une sélectivité entre les divers minéraux présents.

L'étude qualitative de l'adsorption des xanthates éthyliques de potassium préparés à partir de sulfure de carbone et un mélange d'alcool éthylique et une base forte d'hydroxyde de potassium et de l'eau au niveau de laboratoire, sur les surface minérales de la galène et sulfura de fer a nécessité la préparation d'une solution standard de concentration 1 g/l.

Pour l'étude de l'adsorption de (KEX) sur la surface minérale de la galène, on réalise une expérience à une concentration de ( $10^{-2}$ M ;  $10^{-3}$  M) en milieu basique pH (9-10). [18]

## II.5.2 Caractéristiques de la galène

### II.5.2.1 Propriétés physique de la galène

Système: cubique

Densité:  $d=7,5-7,6$

Propriétés: tendre, très lourde

Clivage: très parfait

Couleurs: gris de plomb

Eclat: métallique vif

Transparence: opaque

Utilisation: principale minerais de plomb. [20]

## II.6 Discussion des résultats

### II.6.1 Etude de l'adsorption de xanthate KEX sur galène PbS

#### II.6.2.1 Caractérisation de la galène par rayon X

Cette méthode utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés.

D'après la figure (II .3) on a ; l'angle  $2(\text{Thêta})_1=26,94$  et  $2(\text{Thêta})_2=20,94$ . [21]

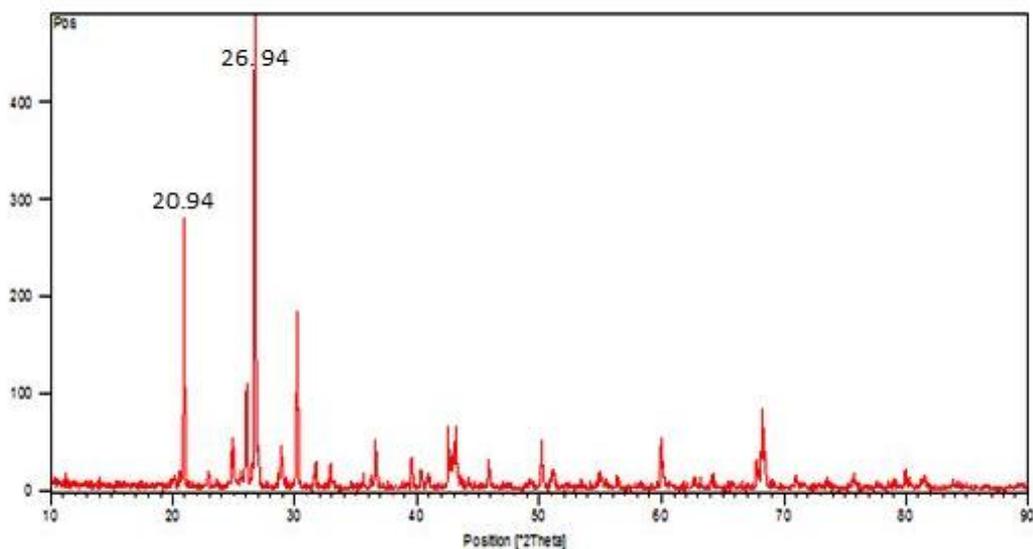


Figure (II .3) : Spectre RX de la galène.

### II.6.2.2 Caractérisation de la galène par spectroscopie infrarouge

Le spectre infrarouge de la galène indique l'apparition d'une bande d'absorption à  $420\text{ cm}^{-1}$  attribuée à la vibration de la liaison Pb avec l'oxygène ( $\text{PbO}_4$ ). D'autres bandes d'absorption à  $680\text{--}880\text{ cm}^{-1}$  est attribuées aux vibrations des liaisons Pb-OH, dit eau de structure. Une autre bande d'absorption à  $3200\text{ cm}^{-1}$  qui caractérise les groupements OH de l'eau d'hydratation .[20]

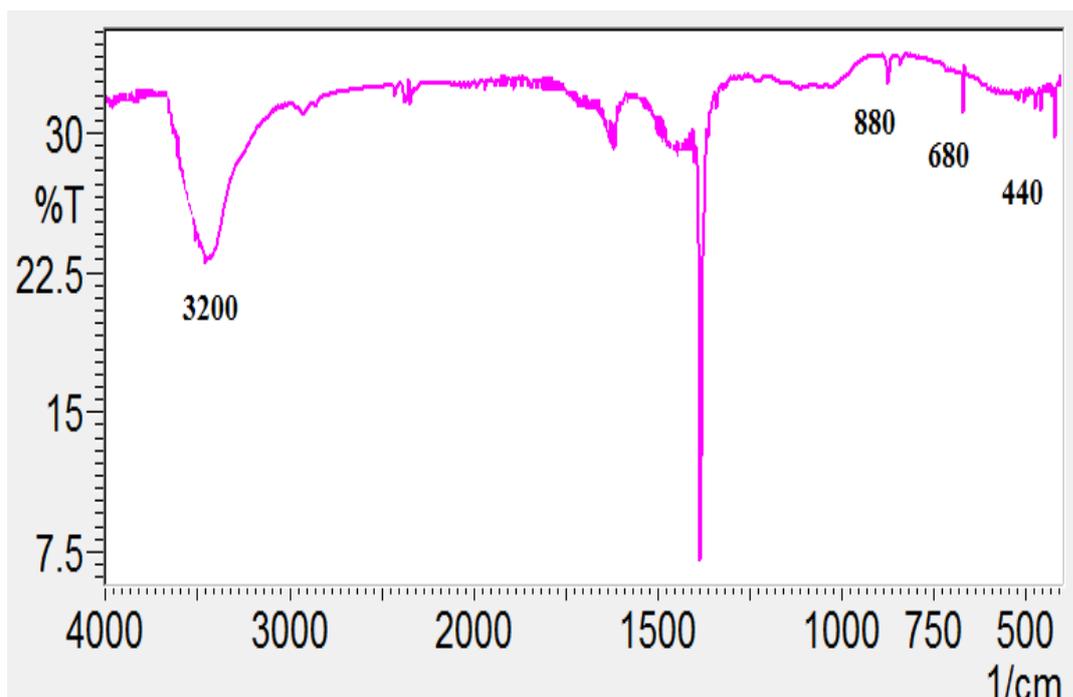


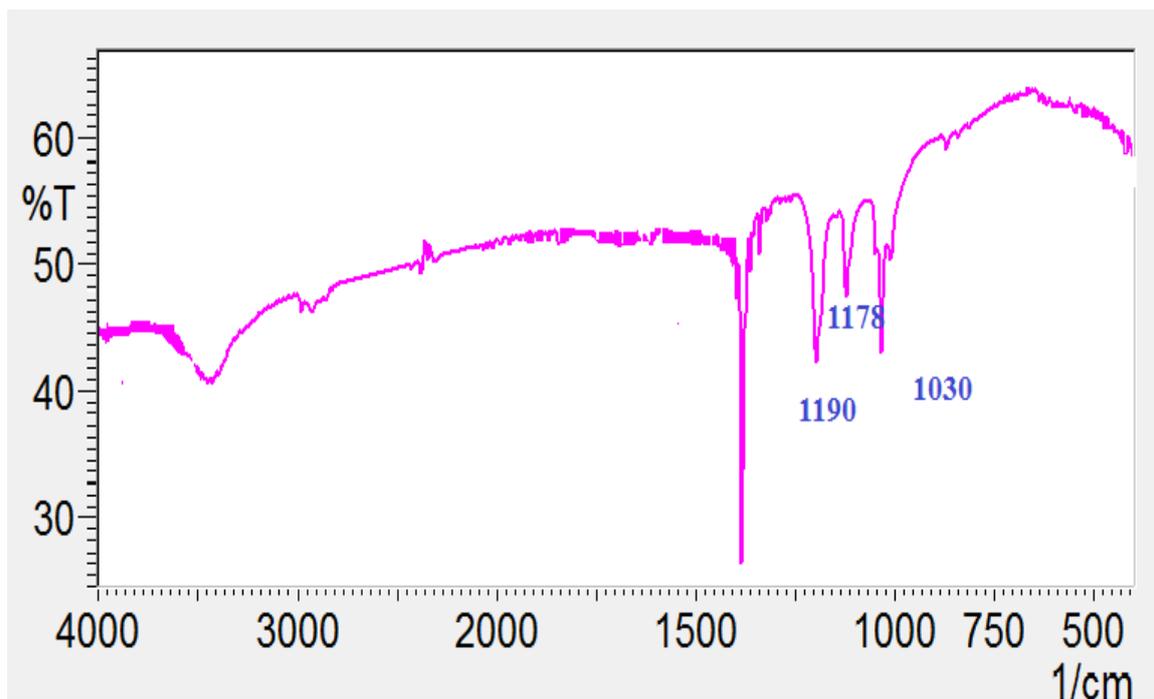
Figure (II .4): Spectre FTIR de la galène.

### II.6.2.3 Détermination qualitative de l'adsorption de KEX sur la galène

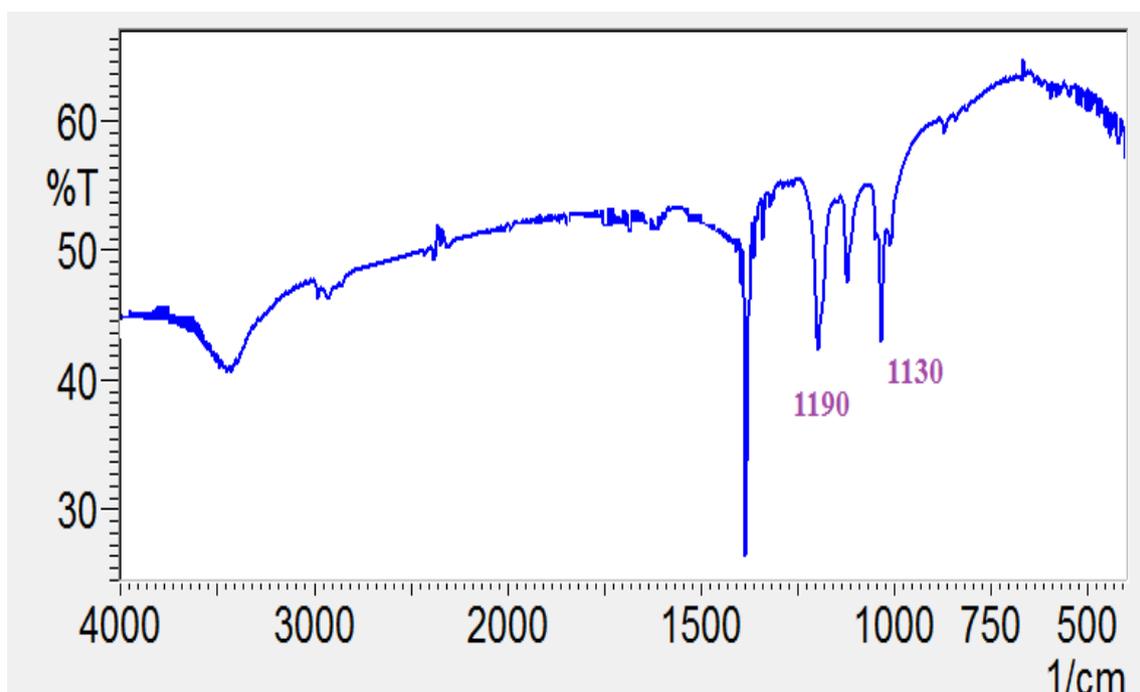
L'étude de l'adsorption du xanthate KEX sur la surface minérale de la galène ( $\text{PbS}$ ) activée par  $\text{CuSO}_4$  ( $10^{-2}\text{M}$  ;  $10^{-3}\text{M}$ ) et  $\text{ZnSO}_4$  ( $10^{-2}\text{M}$  ;  $10^{-3}\text{M}$ ) a été réalisée par la spectroscopie infrarouge.

#### II.6.2.3.1 Etude par la spectroscopie infrarouge de l'adsorption de KEX ( $10^{-2}\text{M}$ ; $10^{-3}\text{M}$ ) sur la galène :

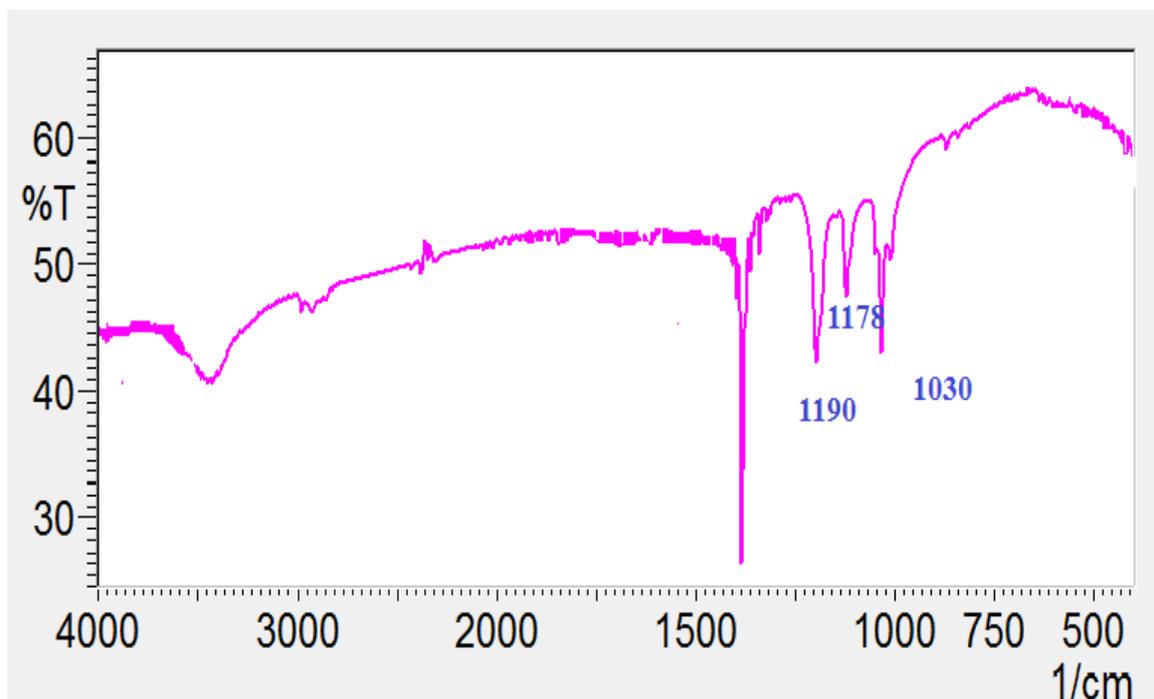
Les spectres de la galène activée par  $\text{CuSO}_4$  ( $10^{-2}\text{M}$  ;  $10^{-3}\text{M}$ ) et  $\text{ZnSO}_4$  ( $10^{-2}\text{M}$  ;  $10^{-3}\text{M}$ ) traitée par KEX ( $10^{-2}\text{M}$  ;  $10^{-3}\text{M}$ ) sont représentés sur les figures suivantes :



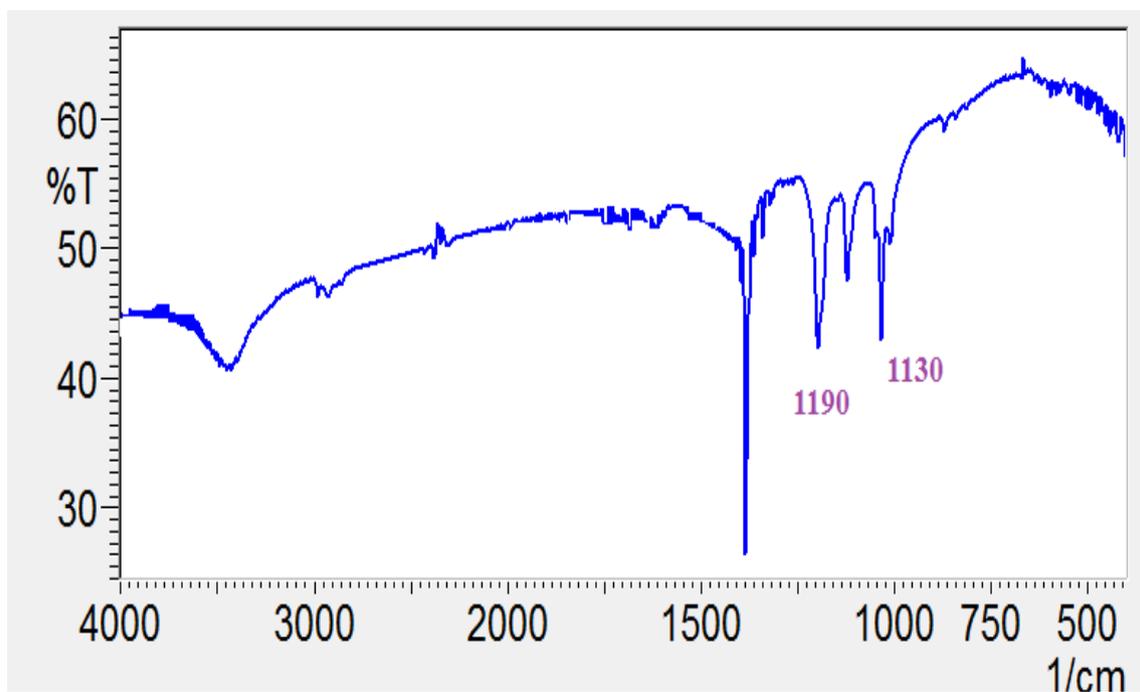
**Figure(II .5):** Spectre FTIR de la galène activé par  $\text{CuSO}_4$  ( $10^{-2}\text{M}$ ) traitée par KEX  $10^{-2}\text{M}$   
pH 9,5.



**Figure (II .6) :** Spectre FTIR de la galène activé par  $\text{ZnSO}_4$  ( $10^{-2}\text{M}$ ) traitée par  
KEX  $10^{-2}\text{M}$  à pH 9,5.



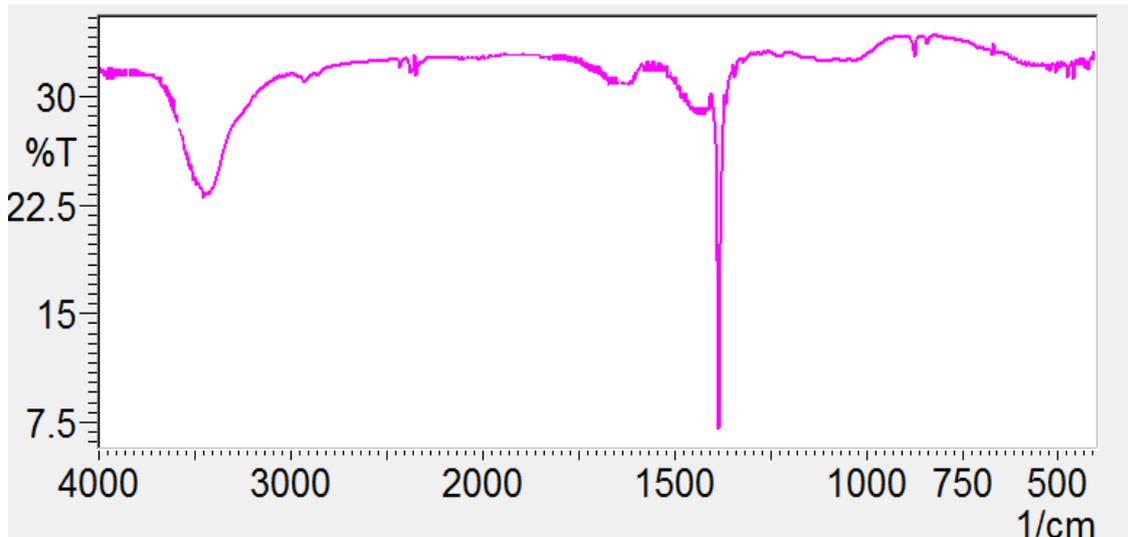
**Figure (II .7) :** Spectre FTIR de la galène activé par  $\text{CuSO}_4$  ( $10^{-3}\text{M}$ ) traitée par KEX  $10^{-2}\text{M}$  pH 9,5.



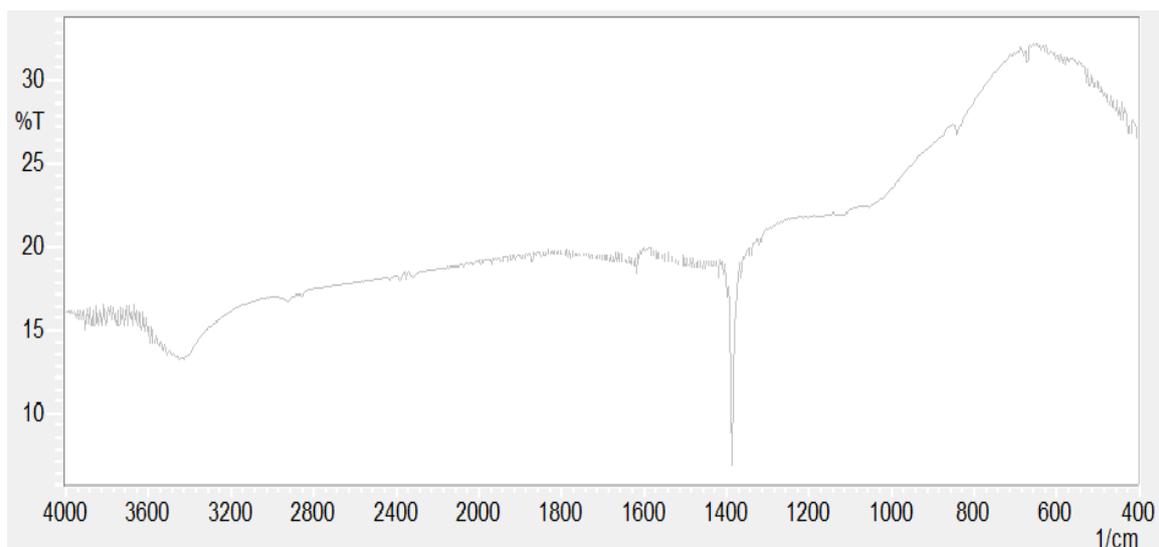
**Figure (II .8) :** Spectre FTIR de la galène activé par  $\text{ZnSO}_4$  ( $10^{-3}\text{M}$ ) traitée par KEX  $10^{-2}\text{M}$  à pH 9,5.

D'après les figures (II .5) ; (II .6) ; (II .7) ; (II .8) on observe : la galène activée par  $\text{CuSO}_4$  ( $10^{-2}\text{M}$  ;  $10^{-3}\text{M}$ )  $\text{ZnSO}_4$  ( $10^{-2}\text{M}$  ;  $10^{-3}\text{M}$ ) l'apparition d'une bande d'absorption à  $1030\text{-}1190\text{ cm}^{-1}$  attribuée à la vibration de la liaison (Pb-EX), explique clairement l'adsorption de xanthate (KEX) sur la surface minérale de la galène.

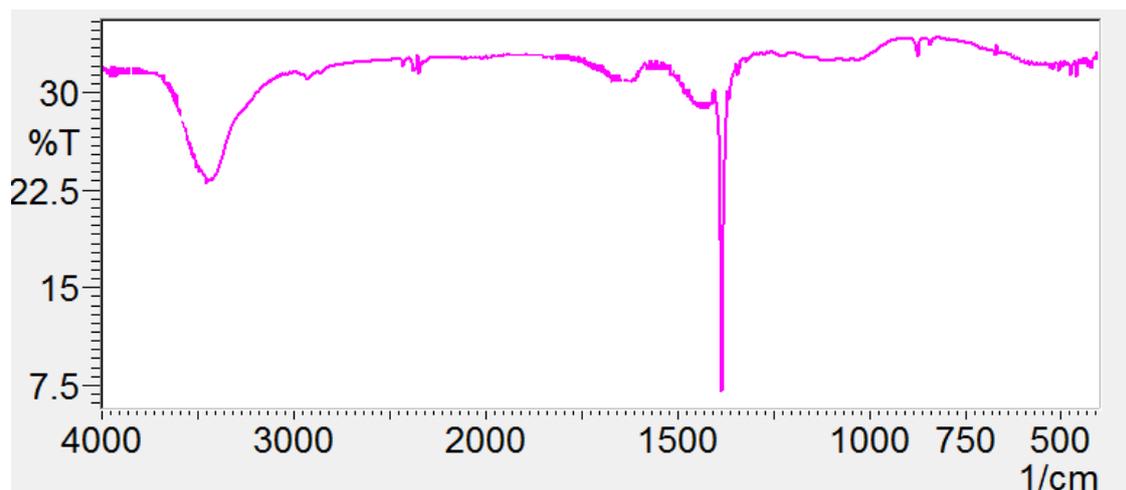
Les spectres infrarouges de la galène activée par  $\text{CuSO}_4$  ( $10^{-2}\text{M}$  ;  $10^{-3}\text{M}$ ) et  $\text{ZnSO}_4$  ( $10^{-2}\text{M}$  ;  $10^{-3}\text{M}$ ) traitée par KEX ( $10^{-3}\text{M}$ ) sont représentés sur les figures suivantes.



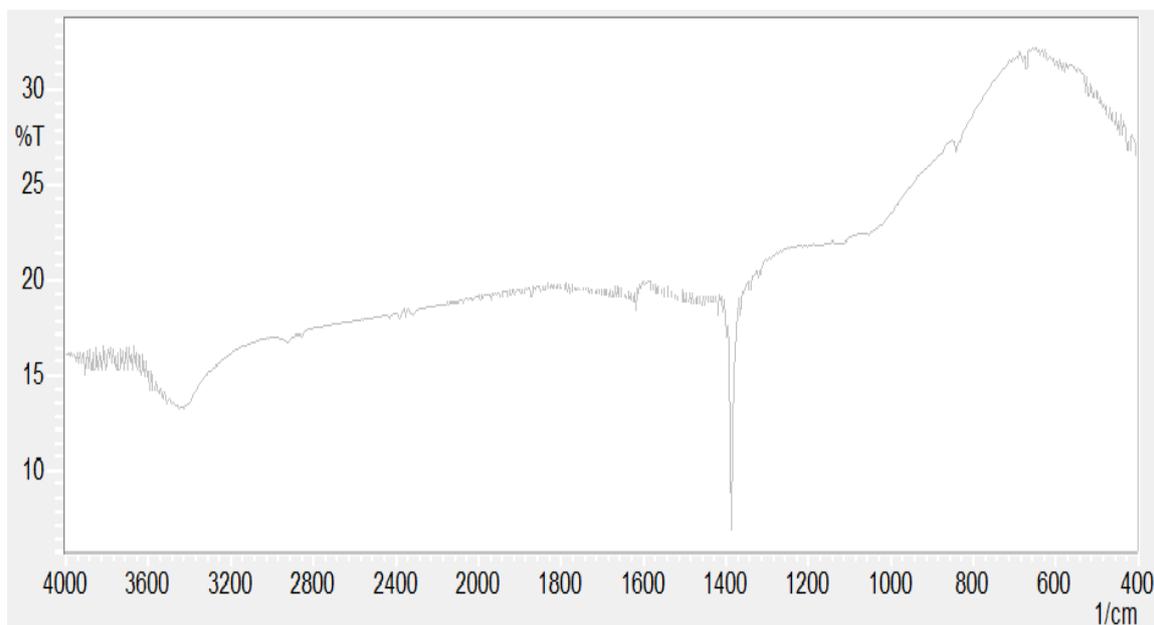
**Figure (II .9)** Spectre FTIR de la galène activé par  $\text{CuSO}_4$  ( $10^{-2}\text{M}$ ) traitée par KEX ( $10^{-3}\text{M}$ ) pH 9,5.



**Figure (II .10)** : Spectre FTIR de la galène activé par  $\text{CuSO}_4$  ( $10^{-3}\text{M}$ ) traitée par KEX  $10^{-3}\text{M}$  pH 9,5.



**Figure (II .11) :** Spectre FTIR de la galène activé par  $\text{ZnSO}_4$  ( $10^{-2}$  M) traitée par KEX  
 $10^{-3}$  M pH 9,5.



**Figure (II .12)** Spectre FTIR de la galène activé par  $\text{ZnSO}_4$  ( $10^{-3}$  M ) traitée par KEX  
 $10^3$  M pH 9,5.

D'après les figures (II .9) (II .10) (II .11) (II .12) on n'observe pas des pics d'absorption de xanthate (KEX) de concentration  $10^{-3}\text{M}$  sur la surface minérale de la galène activée par  $\text{CuSO}_4$  ( $10^{-2}\text{M}$  ;  $10^{-3}\text{M}$ ) et  $\text{ZnSO}_4$  ( $10^{-2}\text{M}$  ;  $10^{-3}\text{M}$ )

On peut dire que la concentration favorable de KEX pour l'adsorption ( $10^{-2}\text{M}$ ).

## **I.1 Introduction :**

La flottation est un procédé qui fait appel à des réactifs chimiques pour séparer les matières solides en pulpe. La flottation à la mousse est la plus utilisée dans les applications industrielles et elle est basée sur la formation d'un agrégat entre une bulle d'air et un ou plusieurs solides rendus hydrophobes et aérophiles par l'action de réactifs chimiques spécifiques appelés collecteurs

La flottation est un procédé qui met à profit les différences d'hydrophobie de leurs surfaces. Le mécanisme fondamental de séparation dépend de l'adsorption. Elle peut être utilisée pour la récupération, la concentration et la valorisation de composé solide en suspension de nature diverse (flocs, particules, colloïdes) de dispersion liquides (huiles, solvant) ou de substances solubles. Comparativement l'application du procédé au traitement des eaux est relativement récente, et elle devenue même une alternative pour la décantation et le traitement des eaux à potabilité. Son usage a même été étendu au traitement primaire des eaux résiduaires urbaines.

Donc on peut dire que la flottation est en concurrence avec d'autres procédés de séparations tels que la décantation, la filtration, la centrifugation, elle mérite une grande attention celui explique qu'elle constitue le thème d'un grand nombre de travaux de recherche toujours en cours. [1]

## **I. 2 Théorie de flottation :**

La flottation est une méthode utilisée en minéralurgie, pour séparer des minéraux entre eux. Cette séparation est basée sur les propriétés d'hydrophobie et d'hydrophile des phases minérales et à lieu dans une cellule de flottation. Différents réactifs chimiques sont utilisés pour ce procédé.

La flottation est procédé de traitement de minerai, mise au point vers 1920. La flottation est un procédé de séparation solide-liquide ou liquide-liquide qui s'appliquent à des particules dont la masse volumique est inférieure à celle du liquide qui les contient. [2]

Si la principale technique de séparation physico-chimique utilisée actuellement dans l'industrie minière. Elle permet de séparer les éléments valorisables d'un minerai de leur gangue, lorsque les méthodes plus simples et moins onéreuses ne sont pas applicables (par

exemple quand le contraste de densité entre les particules est trop peu marqué, ou quand la maille de libération est trop fine, pour qu'on puisse utiliser la séparation gravimétrique).

La flottation est sans aucun doute, le procédé le plus important parmi les différentes techniques employées pour le traitement de minerai. Cette technique polyvalente permet le traitement de plusieurs minerais complexes de sulfures (cuivre, plomb, zinc,...), et même de minerai non métalliques (fluorite, phosphates, charbon,...) grâce à la flottation, il est possible de concentrer de façon économique des minerais pauvres dont le traitement ne serait pas rentable en utilisant les techniques de concentration gravimétrique.

Les applications environnementales de la flottation sont très vastes. La plupart des contaminants inorganiques de nature métallique (cuivre, zinc,...) peuvent être concentrés par flottation. De même, les contaminants organiques à caractère hydrophobe comme les hydrocarbures pétroliers ( $H C_x$ ) [2]

### **I.3 Principe de la flottation:**

Le principe de la flottation des minerais est le suivant : les particules solides sont mises en suspension par agitation dans de l'eau après qu'un broyage en humide, plus ou moins poussé, ait libéré de la gangue l'espèce minérale valorisable. Ce mélange solide-eau (ou pulpe) est conditionné avec un réactif chimique appelé collecteur, dont le rôle est de rendre hydrophobe la surface du minéral à flotter, afin de lui conférer une affinité plus grande pour la phase gazeuse que pour la phase liquide.

On obtient une action sélective du collecteur en faisant appel à des modificateurs, les déprimants et les activateurs, qui modifient son affinité pour certaines surfaces minérales. Il s'agit alors du procédé de flottation différentielle, permettant par exemple la séparation des sulfures, des oxydes, des silicates, des sels.

Circuit simple de flottaison pour la concentration minérale. La direction numérotée d'exposition de triangles de l'écoulement de jet, de divers réactifs de flottaison sont ajoutées à un mélange du minerai et de l'eau appelés la pulpe, dans un réservoir de traitement. Le débit et la taille de réservoir sont conçus pour donner aux minerais assez de temps d'être activés. La pulpe de conditionneur est alimentée à une banque des cellules plus approximatives qui enlèvent la plupart des minerais désirés comme concentré.

La pulpe plus rugueuse passe à une banque des cellules d'extracteur où des réactifs additionnels peuvent être ajoutés. La mousse de cellules d'extracteur est habituellement retournée aux cellules plus approximatives pour le traitement additionnel, mais dans certains cas peut être envoyée aux cellules spéciales de décapant. La pulpe d'extracteur est habituellement assez stérile pour être jetée comme queues. Des circuits plus complexes de flottaison ont plusieurs ensembles des cellules plus propres et remoudre intermédiaire de la pulpe ou du concentré. [3]

La pulpe ainsi conditionnée est introduite dans des réacteurs munis d'agitateurs aérés (cellules de flottation) ou d'injecteurs d'air (colonne de flottation) ou d'électrodes (électro flottation) générant des bulles d'air et les dispersant. Les particules rendues hydrophobes se fixent à la surface des bulles qui constituent un vecteur de transport grâce à leur mouvement ascensionnel vers la surface libre de la pulpe. On obtient ainsi une mousse.

On peut donc définir plusieurs opérations élémentaires lors du processus de flottation:

- Conditionnement des surfaces des solides par des modificateurs de l'adsorption du collecteur ;
- Adsorption du collecteur sur la surface d'un solide déterminé ;
- Contact entre les particules solides et les bulles d'air ;
- Transport de l'ensemble bulles-particules vers la surface de la pulpe ;
- Formation et récupération de l'écume [12]

## I. 4 Les différents types de flottation :

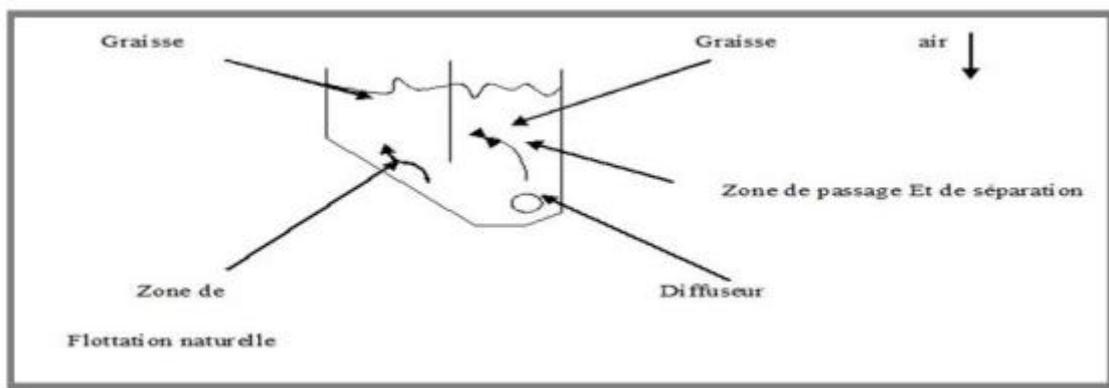
Nous trouvons trois types principaux de flottation : flottation naturelle, assistée et provoquée.

### I.4.1. Flottation naturelle:

La différence de masse volumique est naturellement suffisante pour la séparation.

### I.4.2. Flottation assistée :

Elle consiste en une insufflation de bulles d'air au sein de la masse liquide pour améliorer la séparation des particules naturellement flottables. Ce procédé concerne en particulier la séparation des graisses (particules solides).



**Figure (I.1) : schéma de la flottation assistée [1]**

Pour un dégraissage sommaire, l'air est insufflé par des diffuseurs à bulles moyennes (2 à 4mm de diamètre) qui provoquent une turbulence séparant les particules lourdes agglomérées avec les graisses.

Pour un dégraissage plus poussé on utilise des fines bulles (0,5 à 1 mm de diamètre) produites par un aérateur immergé.

Données numériques :

**Tableau (1.1) :** données numérique de la taille de bulle d'Air utilisé dans la flottation assistée.

Débit d'air utilisé L.m-3 d'eau	Taille des bulles	Puissance absorbée traitée WH.m-3	Temps théorique de séjour mn
100 à 400	2 à 5 mm	5 à 10	5 à 15

### 4.3. Flottation provoquée :

la masse volumique de la particule est au départ, supérieure à celle du liquide. Elle est artificiellement réduite grâce à des bulles de gaz (l'air en général).

En effet certaines particules solides ou liquides peuvent s'unir à des bulles pour former des attelages " particule-bulle " moins dense que le liquide.

Il y a deux types de flottation assistée suivant la taille des bulles de gaz :

#### a. La flottation mécanique:

Elle utilise de l'air dispersée avec production de bulles de 0,2 à 2 mm de diamètre (vitesse ascensionnelle : environ  $20 \text{ cm s}^{-1}$ ).

Ce procédé s'applique pour la séparation et la concentration des pulpes de minerais. Il s'agit de minerai broyé, de taille souvent inférieure à 0,2 mm, qui est mis en suspension avec des bulles d'air de 0,2 à 2 mm de diamètre. Ce procédé utilise un grand nombre de cellules en série et demande beaucoup d'énergie. [2]

Dans le cas d'eaux huileuses, la séparation par flottation mécanique s'appelle *MOUSSAGE*. Elle est obtenue avec l'addition de coagulant organique ou d'agent dés émulsifiant.

Tableau (1.2) : Représente les données numériques de la taille de bulle d'air utilisé dans la flottation mécanique.

Débit d'air utilisé L.m-3 d'eau	Taille des bulles	Puissance adsorbée traitée Wh.m-3	Temps théorique de séjour mn
10000	0,2 à 2mm	60 à 120	4 à 16

### b. La flottation à l'air dissous (FAD) :

Elle utilise des bulles d'air très fin les "microbulles" de 40 à 70 microns de diamètre (vitesse ascensionnelle 100 fois inférieure à celle de la flottation mécanique).

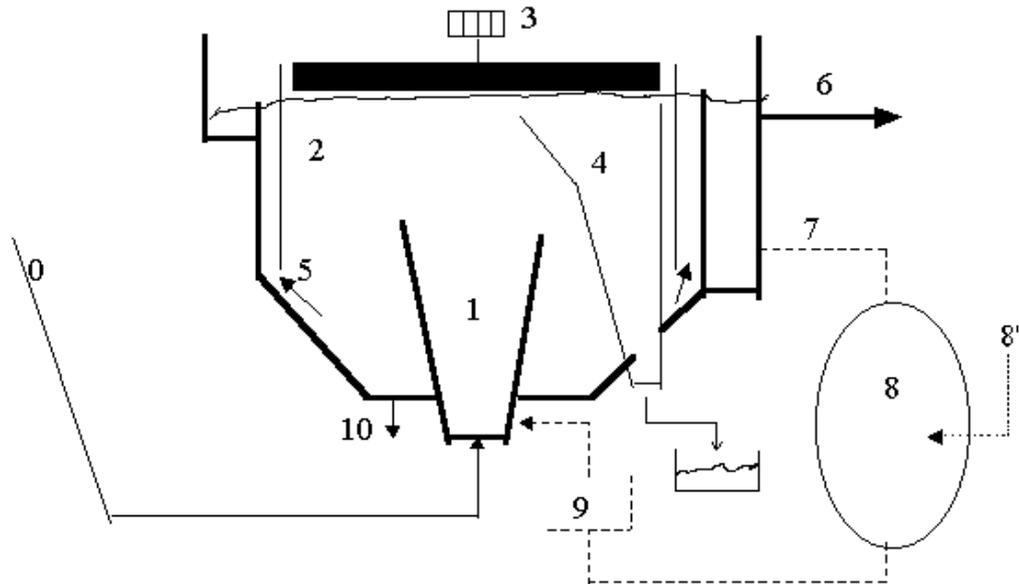
#### • Domaines d'applications :

- Séparation de matières flocculées en clarification d'eau de surface.
- Séparation et récupération des fibres des eaux de papeterie
- Séparation d'huiles flocculées sur des eaux résiduaires de raffinerie, d'aéroport ou de métallurgie.
- Séparation d'hydroxydes métalliques ou de pigments en traitement d'eaux résiduaires industrielles.
- Epaississement et clarification des boues.

D'une manière générale, la FAD est utilisée pour la séparation des floccs car :

- Si on utilisait des bulles plus grosses il faudrait un débit d'air plus important pour avoir une bonne répartition des bulles et ce débit plus important engendrerait des courants turbulents qui risqueraient de casser les floccs.
- L'augmentation de la concentration en bulles favorise la probabilité de rencontre entre particules solides et bulle.
- La faible vitesse ascensionnelle des bulles par rapport à la masse fluide permet une meilleure adhésion sur les floccs.

- Bien évidemment, les performances de la FAD dépendent de la qualité du floc. C'est pourquoi la flottation est souvent combinée à une floculation et le floc est parfois grossi pour augmenter la surface d'accroche des bulles.



- 0 : arrivée d'eau à traiter (éventuellement floculée au préalable)  
 1 : chambre de mélange      2 : zone de séparation entre l'eau et l'attelage « particule-bulle »  
 3 : système de raclage des boues formées      4 : goulotte de récupération des boues  
 5 : cloison siphonoïde où l'eau clarifiée est reprise      6 : évacuation de l'eau clarifiée  
 7 : pressurisation indirecte (prise d'eau traitée)  
 8 : ballon de pressurisation      8' : arrivée d'air sous pression  
 9 : détendeur (l'eau pressurisée est détendue avant son introduction dans la chambre de mélange)  
 10 : pour les grosses installations, un racleur de fond évacue les boues déposées

**Figure (I.2): Schéma du principe de fonctionnement d'une flottation à l'air dissous [1]**

- **Dimension et vitesse des bulles :**

Équation de la vitesse ascensionnelle d'une bulle de gaz seule en régime laminaire :

Elle est donnée par l'équation de Stokes.

$$V = \frac{g}{18} \cdot (l - g) \cdot d^2.$$

d : diamètre de la bulle.

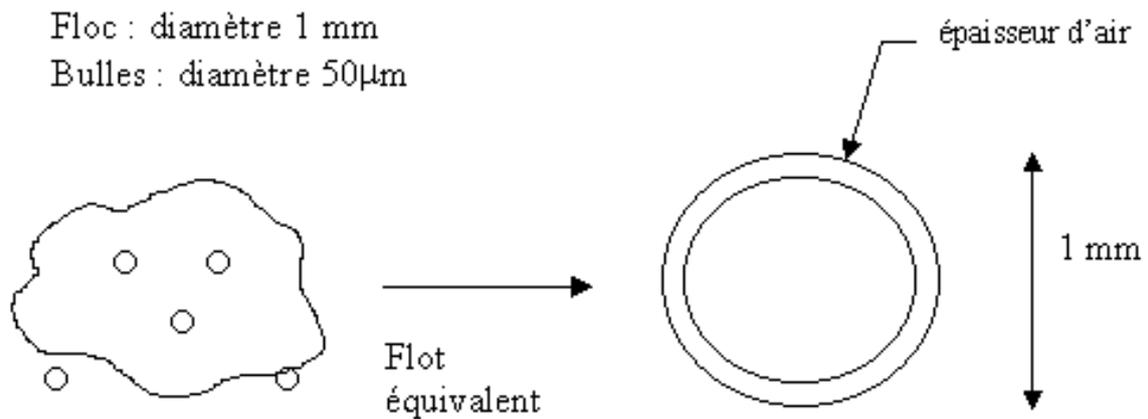
V : viscosité dynamique.

l : masse volumique du liquide.

g : masse volumique du gaz.

Équation de la vitesse ascensionnelle d'un attelage "particule-bulle" :

On raisonne par floc équivalent.



**Figure (I.3) : Schéma présente le diamètre de floc et de bulle**

Floc : diamètre 1 mm.

Bulles : diamètre 50 m.

L'équation de Stokes est toujours valable avec d = diamètre de l'attelage "particule-bulle"

g : remplacé par s masse volumique de l'attelage.

**Remarque :**

Le facteur de forme de l'ensemble " particule-bulle " doit être pris en compte.

Volume minimal de gaz pour assurer la flottation d'une particule :

$$V_g / S = (s - g) / ((l - g) * g).$$

$V_g$  : volume minimal de gaz.

$S$  : masse de la particule.

$l$  : masse volumique du liquide.

$g$  : masse volumique du gaz.

$s$  : masse volumique de la particule [13]

## **I.5. L'utilisation de la flottation:**

L'utilisation de la flottation est appropriée pour le traitement de particules dont la taille est comprise entre 5 et 212  $\mu\text{m}$ . cependant, pour les minéraux légers comme le charbon la limite supérieure est élevée à 1,70 mm. La limite supérieure est dictée par la capacité limitée d'une bulle à soulever un poids. A masse volumique égale, la flottation des grosses particules nécessite des bulles plus volumiques que la flottation de petites particules. Cette limite est aussi imposée par le détachement des grosses particules de la bulle à laquelle elles sont accrochées. Le détachement est cause par les forces de friction entre l'eau et le solide durant l'ascension du complexe bulle/particule.

En effet, les grosses particules subissent d'avantage l'effet de la friction que les petites particules puisque que leurs surfaces est plus grandes. Le diamètre des bulles et de caractéristique très importante puisqu'il détermine aussi la surface disponible augmente avec la réduction du diamètre des bulles. En conséquence, il important de procéder à la classification de la pulpe avant d'accomplir la séparation par flottation [15]

## I.6 Réactifs de flottation:

Permis les réactifs de flottation on peut citer les collecteurs; les déprimants; les régulateurs de milieu; les activant et les moussants.

### I.6.1 Les collecteurs :

Le collecteur est un agent tensioactif (surfactant), molécule organique hétéropolaire constituée par au moins une chaîne hydrocarbonée et une tête polaire, qui peut comporter un ou plusieurs groupes salifiant facilement inusables. Selon la charge de la tête polaire, après dissociation dans l'eau, négative ou positive, le collecteur est anionique ou cationique.

Le caractère tensioactif est conféré par l'affinité de la chaîne pour la phase gazeuse et de la tête polaire pour la phase liquide.

La molécule tensioactive est donc orientée à l'interface (air-eau). [11]

- La classification des collecteurs est donc basée sur la capacité de s'ioniser dans l'eau et sur la nature chimique de la partie polaire; ils se divisent en deux groupes :

1- *Ionogènes* : se dissociant en ions.

2- *Non ionogènes* : se fixant sous forme moléculaire.

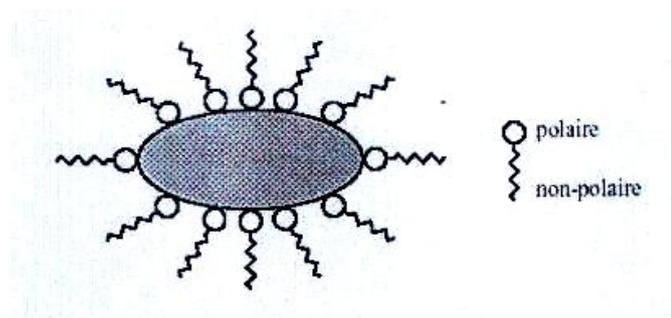


Figure (I.4) : Mode d'action d'un collecteur.

### I.6.1.1. La classification des collecteurs :

La classification des collecteurs peut être résumée sur le schéma suivant [15]

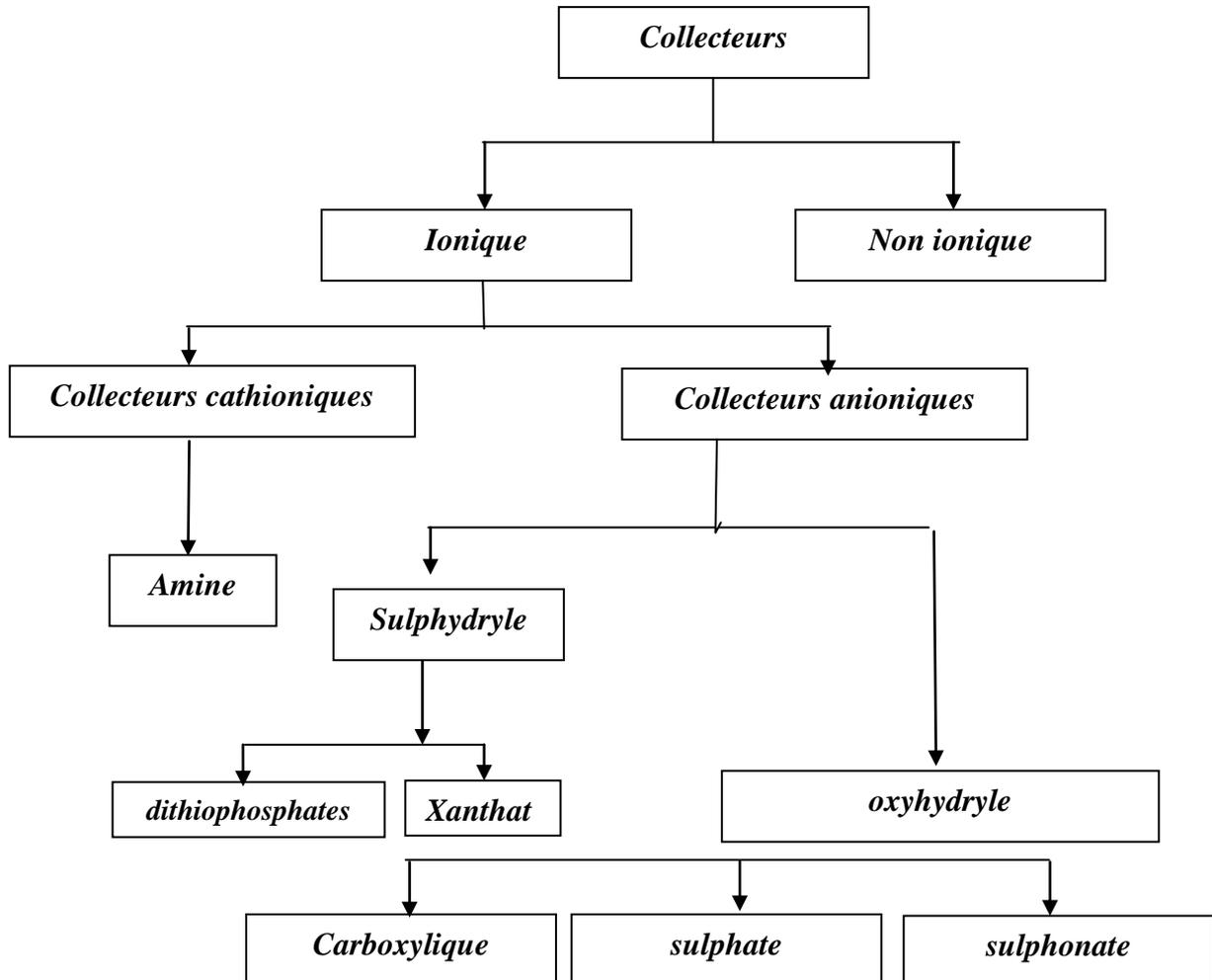


Figure (I-5) : Classifications des collecteurs

### I.6.2. Les activant et les déprimants :

Ce sont des réactifs chimiques favorisant la sélectivité de l'hydrophobicité entre les différentes phases minérales du minerai. Ils sont extrêmement variés, en fonction notamment des minéraux présents et leurs interactions. On utilise aussi bien des sels métalliques (sulfate de cuivre, de zinc, de fer, bichromate,...); des oxydants et des réducteurs (sulfites, permanganate de potassium,...) ; ou des produits organiques [11]

### I.6.3. Les agents modifiant le pH :

Les phénomènes de surface étant très souvent sensibles au pH de la solution, des agents modifiant celui-ci (acide sulfurique, chaux...) sont couramment ajoutés dans la cellule. [11]

### I.6.4. Les moussants:

Réactifs pour rôle de favoriser la stabilité dynamique des bulles; Ce sont des tensioactifs organiques (huile de pin) utilisés à très faible dose (5 à 100 g par tonne de minerai) [14]

#### I.6.4.1. Caractéristiques physico-chimiques des moussants:

Les moussants doivent idéalement répondre aux exigences suivantes:

- De faibles concentrations doivent produire une mousse de volume suffisant et de résistance mécanique suffisante pour servir de milieu de séparation pour les solides ;
- L'écume doit se priser facilement après avoir quitté les conditions de pseudo-stabilité qui permettaient son maintien à la partie supérieure de la cellule de flottation; cette condition est importante pour faciliter le transport par pompage du concentré ;
- La texture de l'écume doit permettre l'élimination des particules de solide non flottées ;
- La diminution des bulles d'air et leur cinétique de coalescence doivent être aussi faibles possible ;
- Leur activité chimique vis à vis de la surface des solides doit être strictement nulle afin de ne pas pouvoir jouer un rôle de collecteur ;
- Ils doivent posséder une grande stabilité chimique par rapport à des changements brusques de pH, de concentration en sels dissous [14]

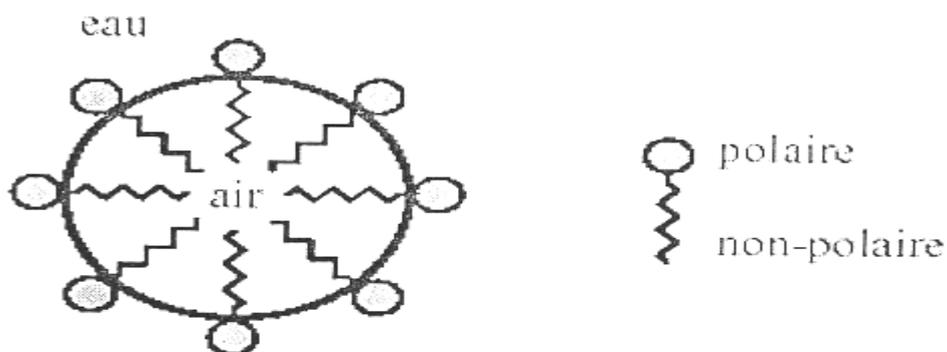


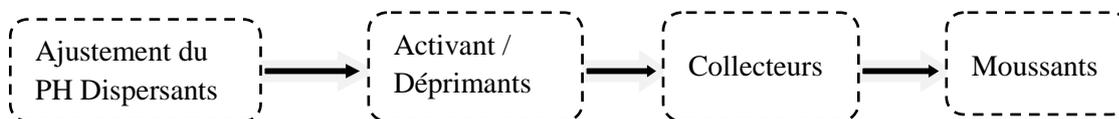
Figure (I.6) : Mode d'action d'un moussant.

### I.6.5. Les conditions exigées aux réactifs de flottation:

- Sélectivité d'action (le réactif doit être sélectif) ;
- La quantité des réactifs doit être standardisé ;
- Le prix doit être économique ;
- Ils doivent être stables pendant le stockage;
- Ils doivent être soluble dans l'eau ;
- Ils doivent être non toxique ;
- Ils doivent être respectés à la protection de l'environnement). [14]

### I.6.6. L'ordre d'adjonction des réactifs de la flottation :

Les différents réactifs de flottation peuvent être ajoutés simultanément dans réservoir de conditionnement. Cependant, l'efficacité de la flottation est accrue lorsque l'addition de chaque réactif est effectuée par étapes successives. L'ordre dans lequel ces étapes doivent être effectuées est présenté comme suit :



L'addition des réactifs peut être accomplie en différent point du circuit de flottation Comme dans les réservoirs de conditionnement ou directement dans les conduites d'alimentation. Lors de l'ajout d'un collecteur, d'un déprimant ou d'un activant, le temps de conditionnement doit être suffisamment long afin de permettre aux différentes réactions chimiques d'avoir lieu. Il s'agit d'une pratique courante qui permet de réduire le temps de flottation [3]

## I.7 Flottation des sulfures métalliques:

### I.7.1. Minerai de sulfure:

A minerai de sulfure est a minerai contenir sulfure ( $S^{2-}$ ) en tant que commandant anion. Les sulfures sont économiquement importants comme métal minerais. La classe de sulfure

inclut également séléniés, tellurures, arséniures, antimonides, la bismuthine, et sulfosels (soufre et un deuxième anion tel que l'arsenic).

## **I.7.2. Les sulfures dans l'industrie minière :**

### **I.7.2.1. Minéralurgie ou concentration :**

Après extraction du minerai, celui-ci subit un traitement physique consistant à éliminer une grande partie de la gangue. Dans le cas des minerais sulfurés, une flottation est généralement effectuée. La flottation consiste à séparer d'une part les parties valorisables d'un minerai et d'autre part la gangue, en jouant sur leurs propriétés de surface et plus particulièrement sur le caractère hydrophobe ou hydrophile (mouillant) de celles-ci.

Avant de pouvoir séparer les constituants du minerai, il faut libérer les particules valorisables par broyage qui sera d'autant plus poussé que, par exemple les sulfures métalliques à récupérer, seront disséminés dans le minerai sous forme de fines particules. Ainsi, les blocs de quelques m<sup>3</sup> extraits de la mine seront broyés jusqu'à atteindre de quelques dizaines à quelques centaines de micromètres.

La flottation est réalisée dans des bacs dans les quels le minerai broyé est mis en suspension aqueuse. Des ajouts éventuels sont effectués pour ajuster le pH, modifier les propriétés de surface des particules à l'aide de collecteurs, former des mousses stables. D'autres ajouts permettent de moduler l'action des agents collecteurs : des déprimants augmentent le mouillage, des activant annihilent les effets des déprimants. Par ailleurs, une arrivée d'air permet de former des bulles qui entraînent en surface les éléments valorisables qui se retrouvent dans les "mousses". Ces dernières, après séchage, donnent des concentrés.[10]. Il est également possible de séparer sélectivement divers sulfures métalliques d'une part de la gangue et d'autre part entre eux

Les principaux minéraux pouvant être séparés par flottation sont donnés dans le tableau suivant : [14]

Tableau (1.3) : les minéraux pouvant être séparés par flottation

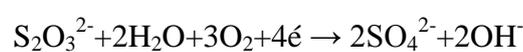
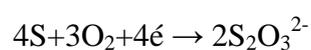
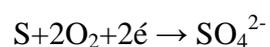
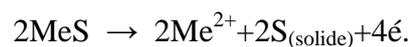
<i>Blende</i>	$ZnS$
<i>Galène</i>	$PbS$
<i>Marmatite</i>	$MoS_2$
<i>Molybdénite</i>	$MoS_2$
<i>Pentlandite</i>	$Ni_{1-x}Fe_xS$
<i>Chalcocite</i>	$Cu_2S$
<i>Covellite</i>	$CuS$
<i>Chalcopyrite</i>	$CuFeS_2$
<i>Bornite</i>	$Cu_5FeS_4$
<i>Enargite</i>	$Cu_3AsS_4$
<i>Tennantite</i>	$(Cu, Fe)_{12}As_4S_{13}$
<i>Tétrahédrite</i>	$FeS_2$
<i>Pyrite</i>	$FeS_2$
<i>Pyrrhotite</i>	$Fe_{1-x}S$
<i>Mispickel</i>	$FeAsS$

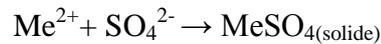
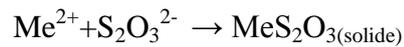
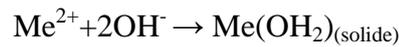
### I.7.2.2. Propriétés des sulfures:

Les propriétés fondamentales des sulfures, qui ont une influence prédominante sur leur comportement en flottation concernent :

*a-* leur très grande *insolubilité* (les pKs des réactions  $MeS \rightarrow Me^{2+} + S^{2-}$  sont de l'ordre 20).

*b-* leur *instabilité* en présence d'eau et d'air ; les réactions suivantes :





Sont toutes possibles et conduisent à envisager (suivant le pH, le type de sulfure et la solubilité des espèces  $\text{MeS}_2\text{O}_3$  ou  $\text{MeSO}_4$ ) une composition de surface des sulfures, après oxydation par l'oxygène dissous, comportant des espèces telles que soufre, thiosulfate, sulfate, hydroxyde. En raison de la présence de gaz carbonique dissous et en fonction de la solubilité relative des carbonates par rapport aux sulfates, thiosulfates, hydroxydes, etc..., le composé de surface peut se transformer, par un mécanisme d'échange d'ions, en un carbonate de surface. Les temps de contact entre les phases (air, solution aqueuse, minéral) sont relativement courts (de l'ordre de quelques dizaines de minutes lors des opérations de broyage, par exemple) et les cinétiques relativement lentes, ce qui conduit à n'envisager que la formation de quantités faibles de composés oxydés (en règle générale, inférieures à la quantité nécessaire pour couvrir la surface des particules du sulfure). [5]

### I.7.3. Les réactifs :

#### I.7.3.1. Les collecteurs :

Les collecteurs sont des molécules organiques ou des ions qui sont adsorbés sélectivement sur certaines surfaces afin de les hydrophober. Ce sont donc les agents de flottation les plus importants et les plus critiques. Les collecteurs sont généralement des composés hétéros polaires. Comme il est possible de le constater à la figure (I.4) la partie polaire est adsorbée à la surface de la particule tandis que la partie non polaire est orientée vers l'extérieur afin d'exposer une surface hydrophobe [4]

#### a. Principaux collecteurs :

Les collecteurs actuellement utilisés appartiennent à la famille des thiols. Les plus répandus sont les di thiocarbonates et les di triphosphates, plus connus sous leur dénomination de xanthates et d'Aeroflot, respectivement. Les groupements alkyles sont en général courts  $\text{C}_2$  (éthyle) à  $\text{C}_8$  (hexyl). [16]

Les produits commerciaux sont les sels de sodium ou de potassium, Voir Tableau (I-4).

**Tableau (1.4) : Principaux collecteurs des minéraux sulfurés (R=radical aliphatique).**

Collecteur	Formule	pH de mise en œuvre
Allkyldithiocarbonates(xanthate)	R-O-CSS <sup>-</sup> ,K <sup>+</sup>	8-13
Dialkyldisulfures (dixanthogène)	R-O-CSS-SSC-O-R	1-11
Dialkyldithiophosphates	(R-O) <sub>2</sub> PSS <sup>-</sup> ,K <sup>+</sup>	4-12
Dialkyldithiocarbonate	(R) <sub>2</sub> N-CSS <sup>-</sup> ,K <sup>+</sup>	5-12
Isopropylthionocarbonate	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> -CH-O-CS-NH-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4-9
Mercaptobenzothiazole	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -N=CSS <sup>-</sup> ,Na <sup>+</sup>	4-9

Les propriétés les plus importantes des réactifs thiols sont :

- Leur solubilité relative est élevée pour les concentrations rencontrées en flottation (sauf pour les deux dernières familles citées tableau (I-4).
- Les thiols sont des acides relativement faibles, avec des valeurs de pKa de 1 ordre de 3.

En raison de la faible longueur des chaînes hydrocarbonées des thiols utilisés couramment dans l'industrie (C<sub>2</sub> à C<sub>5</sub>), ces réactifs n'ont pas de propriétés de surfactants à l'interface liquide/gaz et ne sont pas des moussant. [16]

#### **b. Adsorption des collecteurs sur les sulfures :**

Indépendamment des théories plus ou moins complémentaires sur les mécanismes de l'adsorption des thiols, l'action de ces derniers répond aux règles pratiques suivantes :

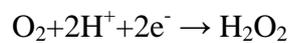
- La plupart des sulfures d'importance industrielle sont naturellement hydrophiles en l'absence d'oxygène (milieu réducteur). Cependant, pour certains d'entre eux, on constate une flottabilité naturelle. C'est le cas, par exemple, de la molybdénite (MoS<sub>2</sub>) et de la stibine (Sb<sub>2</sub> S<sub>3</sub>) ;
- Les sulfures n'adsorbent pas les thiols en milieu réducteur et la flottation est impossible ;
- Tous les sulfures (sauf la blende) adsorbent fortement les thiols à courte chaîne en présence d'oxygène de l'air ; la flottation est possible et même facile. L'hydrophobicité de surface conférée ainsi aux sulfures par un film adsorbé, correspondant en général à moins d'une

couche moléculaire, est relativement importante et tient aussi bien à l'hydrophobicité des composés adsorbés qu'à la très faible affinité de la surface des sulfures pour l'eau ;

- Pour la galène et la plupart des sulfures, à l'exception de la pyrite et de la blende, l'adsorption peut résulter :

- Soit d'une réaction du thiol avec les composés oxydés du sulfure de type échange d'ions, par exemple entre  $RS^-$  et carbonate ou thiosulfate de Pb dans le cas de PbS ;
- Soit d'une réaction du thiol sur le sulfure en présence d'oxygène dissous, conformément à la théorie électrochimique qui donnerait :

a- une réaction cathodique (réduction de l'oxygène),



b- une réaction anodique (oxydation de sulfure),



Mais la présence de soufre élémentaire n'est pas mise en évidence expérimentalement, celui-ci étant logiquement oxydé ;

- Pour la pyrite, l'arsénopyrite, la molybdénite et la pyrrotine, il s'agirait de l'adsorption physique (réversible) du dixanthogène RSSR [6]

### **I.7.3.2. Activant et déprimants :**

Les thiols à courte chaîne (jusqu'à  $C_5$  ou  $C_6$ ) n'ont aucune action sur les minéraux autres que les sulfures et les métaux natifs (or, argent, platine, cuivre). Cependant, quelques autres minéraux naturellement hydrophobes peuvent accompagner les sulfures : éléments natifs tels que le graphite et le soufre ; silicates tels que le talc. La difficulté essentielle est, toutefois, d'atteindre une sélectivité entre différents sulfures de façon à obtenir des concentrés répondant aux exigences industrielles de qualité (teneur en métal de valeur, absence d'éléments pénalisants...). Cette action sélective est assurée par les activateurs ou les déprimeurs. [16]

Afin de rendre le phénomène de collection sélectif, il faut ajouter, en plus l'ions  $H^+$  et  $OH^-$  qui jouent un rôle principal dans la modulation du processus de collection, d'autres anions et cations pour renforcer ou inhiber la collection d'un minéral donné par

un collecteur donné. Lorsque la collection est augmentée, il ya activation, dans le cas contraire, il y a dépression. Les principaux agents modificateurs des sulfures.

**a. Activations et dépression des sulfures :** On peut donner quelques principes généraux sur la dépression des sulfures car les possibilités sont nombreuses et dépendent de cas particuliers.

- Une oxydation poussée et sélective de certains sulfures, dont la surface est transformés en un composé oxydé, est un moyen de les déprimer.
- Étant donné qu' $O_2$  est nécessaire à la flottation des sulfures par les thiols, une maîtrise du pouvoir oxydant de la pulpe permet de moduler l'adsorption [6]

## **I.8. Xanthate :**

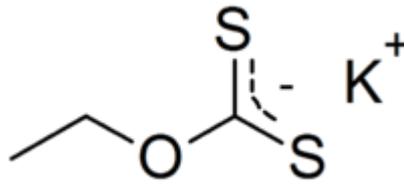
### **I.8.1. Historique de l'utilisation de xanthate :**

Des xanthates habituellement, de sodium ou les sels de potassium sont principalement employées dans l'industrie minière comme un agent de flottation.

Cette utilisation à été présentée la première fois par KELLER en 1927;

L'efficacité des xanthates comme collecteurs augmente avec la longueur de la chaîne de carbone ; mais comme conséquence une diminution de la sélectivité.

Les xanthates à une structure moléculaire hétéro polaire, un groupe non polaire d'hydrocarbure et un groupe polaire de sulfure ; une réaction chimique ce produit entre les minerais de sulfure et le groupe polaire ; cette réaction forme un film répulsif de l'eau sur la surface minérale et ce ci permet aux particules minérales d'être portées par des bulles d'air sur la surface.



**Figure (I.8) : Structure de Potassium ethyle Xanthate KEX.**

D'autres noms pour des xanthates incluent des xanthogenates, des carbondithioates, des di thiocarbonates et des sels de sodium ou de potassium des acides xanthanic (ou di thiocarbonic).

Quatre types de xanthates (éthyle, butyle, propylique et amylique) peuvent être produits dans diverses combinaisons avec du sodium et un potassium, qui sont des stabilisateurs dans la formule chimique.

Des xanthates peuvent être produits à partir du bisulfure de carbone, et sont employés comme agents de flottaison dans le traitement minéral.

Les xanthates sont des produits chimiques hydrosolubles qui sont employés principalement dans l'industrie minière.

Les xanthates sont des réactifs chimiques utilisés généralement pendant le traitement des minerais métalliques dans des concentrateurs de mine. Ils sont ajoutés au minerai qui a été écrasé et rectifié dans un particulaire fin et mélangé avec de l'eau. [16]

Les xanthates enduisent les particules minérales valables, rendant ils produisent hydrofuge et promotion de ce fait leurs Adhérence aux bulles d'air qui sont soufflés dedans du base des cellules de flottaison. [6]

La précipitation de xanthate est une technologie relativement nouvelle comparée à d'autres méthodes de précipitation. Les xanthates sont les composés organiques sulfonâtes.

Le xanthate agit en tant que matériel d'échange ionique, où des ions de métaux lourds sont remplacés par le sodium et le magnésium.

Les xanthates sont utilisés généralement pour fabriquer le film de cellulose (cellophane) et la rayonne, mais en Australie ils sont exclusivement employés comme collecteur pour l'extraction des minerais de sulfure.

Les xanthates sont des produits chimiques hydrosolubles qui sont employés principalement dans l'industrie minière. Des xanthates peuvent être obtenus en réagissant un alcool avec du bisulfure de carbone et un alcali tel que l'hydroxyde de sodium ou l'hydroxyde de potassium. Les alcools utilisés ne sont pas uniques. Ils peuvent former l'éthyle, Les xanthates de butyle (isobutylique, normal, le butyle secondaire), propyliques (isopropyle, propylique normal) et proyliques le butyle (proylique proylique et secondaire isoproylique et normal), sous les formes sèches, telles que la poudre, les granules, les granules, les comprimés ou les flocons. Le xanthate est le nom commun pour les réactifs chimiques utilisés dans la flottaison de bas et les métaux précieux, qui est la méthode standard pour séparer les minerais valables, tels que l'or, cuivrent, mènent ou zinguent des minerais, des minerais non-valables, tels que la pierre à chaux ou le quartz (gangue) [7]

### **I.8.2. Application :**

Les xanthates sont utilisés pour la flottation des minerais d'oxyde de sulfure et sulfuré (sulphidizer: Sulfure de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}$ ) ou hydrogène sulfure ( $\text{NaHS}$ ), la sélectivité diminue en conformité avec la chaîne a augmenté longueur. Xanthates sont souvent utilisé S en combinaison avec d'autres réactifs tels que les dithio phosphates ou thiono carbamates, souvent ajouté au circuit pour améliorer le recouvrement total. Ils sont normalement utilisés dans des solutions aqueuses. [16]

Xanthates subir une hydrolyse dans la gamme de pH acide, et sont donc préféré pour la flottation de la pâte alcaline flux. Les résultats de flottaison peuvent être améliorés par l'utilisation simultanée de xanthates avec dithio phosphates.

### **I.8.3. Type de xanthates :**

- Potassium éthyle xanthate (PEX).
- Potassium amyle xanthate (PAX).
- Potassium butyle xanthate (PBX).
- Potassium isobutyl xanthate (PIBX).
- Potassium propyl xanthate (PPX).
- Potassium isopropyl xanthate (PIPX).
- Potassium isoamyl xanthate (PIAX). [8]

**I.8.4. Propriétés physico-chimiques :****I.8.4.1. Potassium Ethyle Xanthate (KEX):**

C'est un collecteur le plus puissant avec la sélectivité forte, employée couramment dans le traitement de flottation des minerais de sulfure, des minerais de zinc et des minerais de nickel, particulièrement pour le traitement de flottation du minerai composé du sulfure Cu-Ni aussi bien que la mine d'or liée à la pyrite. Il peut également obtenir des résultats satisfaisants une fois utilisé en minerais de cuivre d'oxyde de plomb.

**a. Caractères de potassium éthyle xanthate (KEX) :**

Couleur : jaune pale.

Odeur : désagréable d'odeur de la présence de bisulfure de carbone.

Point d'ébullition : 182-256°C ;

Point de fusion : 270 °C.

Densité : 1.263 ;

Solubilité dans l'eau : 450g/là10°C ;

Hydrolyse en fonction de pH : xanthate hydrolysé très rapidement dans les conditions acide.

Adsorption : potassium éthyle xanthate adsorbe fortement aux minerais de sulfures ;

Les Produits de combustion :  $\text{Na}_2\text{S}$ ,  $\text{SO}_2$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ .

Température de décomposition : supérieure à 25°C.

Produits de décomposition : en présence de l'humidité le xanthate éthyle de potassium Ce décompose en bisulfure de carbone ; alcool proylique, carbonate de potassium et trithiocarbonate [21]

**b. Spécifications:**

1. Bonne Utilisation de rassemblement, de coût bas et d'extensive de la stabilité.
2. Bonne qualité et prix raisonnable.

**c. But:**

C'est un collecteur le plus puissant avec la sélectivité forte, employée couramment dans le traitement de flottation des minerais de sulfure, des minerais de zinc et des minerais de nickel, particulièrement pour le traitement de flottation du minerai composé du sulfure Cu-Ni bien que la mine d'or liée à la pyrite. Il peut également obtenir des résultats satisfaisants une fois utilisé en minerais de cuivre d'oxyde de plomb. Utilisé généralement en cours de flottaison approximative de flottaison et de balayage.

## I.8.4.2. L'alcool éthylique

L'éthanol, ou alcool éthylique, est un alcool de formule semi-développée  $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$ . C'est un liquide incolore, volatil, inflammable et miscible à l'eau en toutes proportions. C'est un psychotrope, et l'une des plus anciennes drogues récréatives.

Formule :  $\text{C}_2\text{H}_5\text{-OH}$  ;

Densité :  $789,00 \text{ kg/m}^3$  ;

Point d'ébullition :  $78,37^\circ\text{C}$  ;

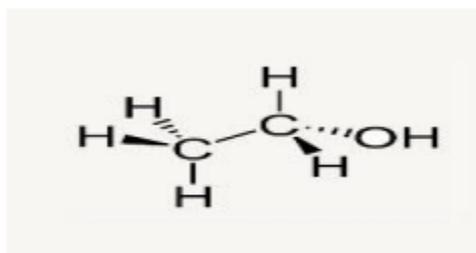
Point de fusion :  $-114^\circ\text{C}$  ;

Masse molaire :  $46,06844 \text{ g/mol}$  ;

Pression de vapeur :  $5,95 \text{ kPa}$  ;

Classification : Alcool ;

Structure

**Sulfure de carbone**

Poids moléculaire :  $76,14 \text{ g/mole}$  ;

Point d'ébullition :  $46,5^\circ\text{C}$  à  $760 \text{ mm Hg}$  ;

Point de congélation :  $-111,5^\circ\text{C}$  ;

Densité :  $1,263$  à  $20^\circ\text{C}$  ;

La densité relative à la vapeur :  $2,670$  (air = 1) ;

Solubilité dans l'eau :  $2,1 \text{ g/l}$  à  $20^\circ\text{C}$  ; Réactivité / stabilité : sulfure de carbone réagit vigoureusement avec les agents d'oxydation [34]

## I.9. Méthodes d'analyses et détection :

L'analyse structurale de xanthate peut d'être caractérisée par :

- 1- Spectroscopie infrarouge ;
- 2- Spectroscopie ultraviolet ; RX cristallographie ;

Les données spectrales :

- \* Spectre ultraviolet : 300 nm ;
- \* Spectre infrarouge : (1000.02 ,1076.21 ,1136 ,1345.22 ,1208.32)  $\text{cm}^{-1}$  ;

### I.9.1. Les méthodes analytiques :

L'analyse quantitative des solutions de xanthate peut être effectuée aux usines de flottation.

#### a. Les méthodes chimiques :

Les méthodes chimiques disponibles pour analyser les solutions de xanthate sont :

- La méthode iodo métrique ;
- La méthode acido-basique ;
- La méthode d'argeno métrique ;
- La méthode mercuro métrique ;
- La méthode d'acide perchlorique ;
- La méthode précipitation ;

#### b. La méthode gravimétrique :

La gravimétrie convertit la solution de xanthate en plomb ( $\text{PbX}_2$ ) par l'addition de nitrate de plomb (10%).

Le xanthate de plomb est séparé par la dissolution dans solvant organique du benzène, suivi par évaporation de solvant.

La quantité de xanthate actuelle dans la solution peut être calculée à partir du poids de précipité de xanthate de plomb.

#### c. La méthode électro métrique :

Les méthodes électro métriques mesurent le courant, la tension ou la résistance par rapport à la concentration des produits chimique en solution.

Parmi les méthodes électro métriques on a :

- La méthode potentielle métrique.
- La méthode po la graphique.

## I.10. Décomposition des xanthates :

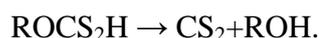
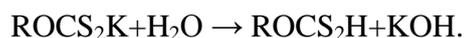
Les xanthates se décomposent rapidement dans l'eau. le xanthate isopropyle de potassium (PIPX) et xanthate isobutyle de potassium (PIBX) peut entrer en contact avec de l'eau comme poudre ou granule et employer comme soluté dans les procédés de traitement.

### I.10.1. Solide :

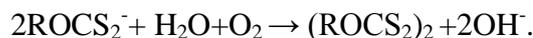
Le xanthate isopropyle de potassium et xanthate isobutyle de potassium plein est transporté et stockés comme solide ; la poudre et les granules de xanthate sont stables si stockés dans des conditions sèches et fraîches

### I.10.2. Solution aqueuse :

Le xanthate se décompose dans les solutions aqueuses par trois voies :  
Les xanthates se dissocient pour former les cations et les anions alcalins de xanthate, par contre l'acide xanthique qui se décompose en bisulfure de carbone et alcool.



1- le xanthate est oxyde au dixanthogène :



Dans un milieu neutre et alcalin, les xanthates se décomposent par décomposition hydrolytique. [5]

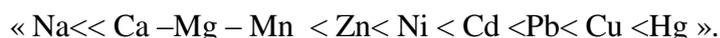


## I.11. Les facteurs de décomposition:

Le taux de décomposition de xanthate isopropyle de potassium dépend de plusieurs facteurs, le plus important la concentration, le pH de la solution et la température et l'effet des métaux

### I.1.1. Précipitation des xanthates:

Les xanthates sont des composés organiques sulfonates agissant en tant que matériel d'échange ionique, ou les ions métalliques sont remplacés par le sodium et le magnésium.



Le processus de précipitation de xanthate – métal peut être représenté comme suit :



M et  $M^+$  sont les ions métalliques et le NaOH indique que la réaction se produit à haut pH (En général pH >9).

ROCSS<sup>-</sup> représente l'ion de xanthate. [5]

La précipitation de xanthate offre plusieurs avantages et inconvénients :

**a. Avantages :**

- La précipitation de xanthate offre un degré élevé d'enlèvement de métal (la concentration de la plus part des métaux est inférieure à 0.1 mg/l).
- Moins de sensibilité à la présence des agents complexent.
- Possibilité d'enlever les métaux sélectivement.

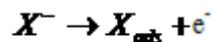
**b. Inconvénients :**

Pour des valeurs de pH inférieure de 3, les xanthates se décomposent rapidement la durée de conservation de réactif est relativement courte approximativement. [9]

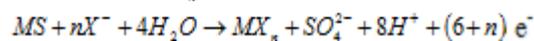
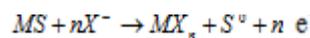
**I.11.2 Mécanisme d'adsorption de xanthate sur les sulfures :**

L'interaction entre le métal sulfuré avec le xanthate se fait par :

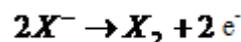
1- adsorption chimique pour l'ion xanthique  $X^-$



2- réaction de xanthate avec le métal sulfure ( $MS$ ) pour produire le métal xanthate ( $MX_n$ )

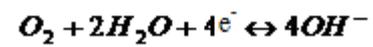
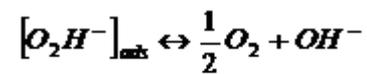
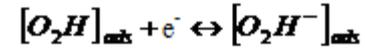
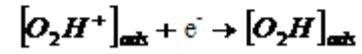
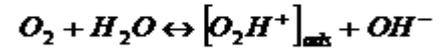
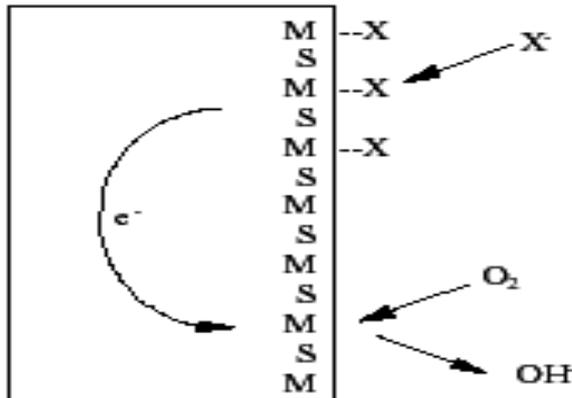


3 oxydation de xanthate jusqu'au di xantogène ( $X_2$ ) sur la surface minéral

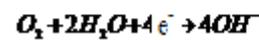
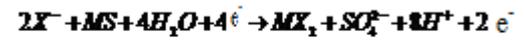
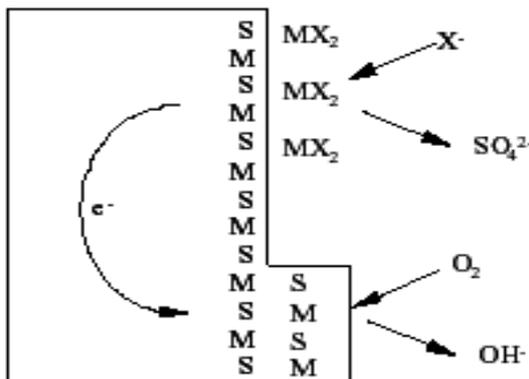


On peut expliquer le mécanisme d'adsorption de xanthate sur les sulfures par les figures suivant :

a. Adsorption chimique:



. Formation de métal – xanthate:



c. Formation de dixantogène :

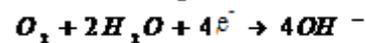
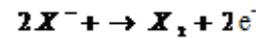
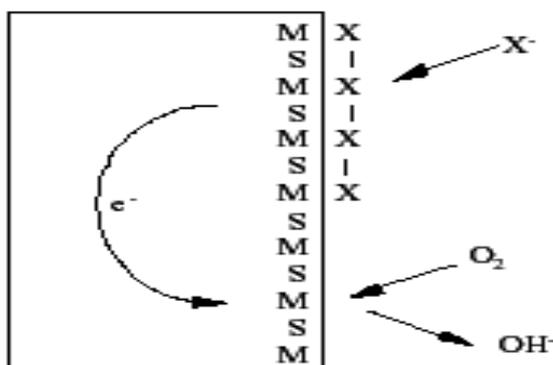


Figure (I.8) : Mécanisme d'adsorption de xanthate sur les sulfures. [2]



## **Conclusion générale :**

Ce travail nous a permis de réaliser la détermination qualitative de l'adsorption de Potassium éthyle xanthate sur la surface minérale de la galène dans les conditions de flottation et l'importance de l'utilisation des xanthates dans la flottation des sulfures.

L'étude comparative des spectres FTIR, a donné les résultats suivants :

1. L'activation de la surface minérale de galène, par  $\text{CuSO}_4$  ( $10^{-2}\text{M}$  ;  $10^{-3}\text{M}$ ) et  $\text{ZnSO}_4$  ( $10^{-2}\text{M}$  ;  $10^{-3}\text{M}$ ) un facteur essentiel de l'adsorption de xanthate KEX.
2. Le xanthate KEX s'adsorbe sur la surface minérale de la galène, de concentration optimale de  $10^{-2}$  M. Ces résultats sont justifiés par l'apparition de la bande adsorption a (Pb-EX :  $1030_{-1190} \text{ cm}^{-1}$ ).

## ***BIBLIOGRAPHIE***

- [1] Kouachi., Etude et simulation par modèles mathématiques des étapes élémentaires lors du contact particule – bulle en flottation, Thèse doctorat en science, Université El Arbi Ben M'hidi, Oum Elbouaghi, Algérie, 2010
- [2] Pierre Blazy , El AidJdid,flottation-Mécanismes et Réactifs ;Technique d'ingénieur,France,j3350,p.2-7 ,1966.
- [3] LOUIS-NICOLAS PAQUIN, Application du backstepping à une colonne de flottation, Faculté des science et de génie université laval,p4-5 ;2004.
- [4] Kelly, E.G. et Spottiswood, D.J. Introduction to Mineral Processing. New York : John Wiley&Sons p.247.1982.
- [5] Choubov L.Y., Ivankov S.I, Réactifs de flottation dans les procédés d'enrichissement des minerais, Tom 1, p.79-91, Moscou "NEDRA",1990.
- [6] Glembotski V.I., Flottation,p . 101-110,Moscou, "NEDRA" , 1973 .
- [7] Primary Information Services 21 Murugappan St, SwamyNagar Ext2,
- [8] Full public report.Sodium Ethyl Xanthate.priority exiting chemical N°5 .Australian government publishing service .Canberra,p.1-16,M1995
- [9] Sodium Ethyl Xanthate. Chapitre 6, d'autre technique de précipitation .Fin de support 1110-4012., p.116-120,150 Novembre 2001.
- [10] MukendiKongolo , a, 1, Mostafa Benzaazoua , b Philippe de Donato , Benoît Drouet and Odile Barrès
- [11]. M. Proulx, Amélioration du rendement des particules grossières par la stratégie d'addition des réactifs dans un banc de flottation, Mémoire d'obtention du grade de maîtres sciences (M.Sc.), Université LAVAL Canada, décembre2000.
- [12] Particule-Bubble attachement in mineralflottation ; J.C.I.S, Elsevier Science 217, p.70-76, 1999.

- [13]Bogdanov O.S., Maxinov, Théorie et Technologie de Flottation, Moscou, "NEDRA", p.114-116, 1980
- [14]Choubov L.Y., Ivankov S.I, Réactifs de flottation dans les procédés d'enrichissement des minerais, Tom 2, p.180-231., Moscou "NEDRA",1990.
- [15]Melik.GayKazyan V.I.,Abramov A.A., Méthodes de recherche dans les procédés de flottation, p.128-138, Moscou."NEDRA", 1990.
- [16]Glembotski V.I., Flottation, p.101-110, Mouscou, "NEDRA", 1973.
- [17]Klein, Cornelis et Cornelius S. Hurlbut, Jr. (1985) Manuel de la minéralogie, Wiley , 22eme E-D., pp. 274-276, ISBN 0-471-80580-7
- [18]Health and SafetyExecutive (HSE), le « bisulfure de carbone en air », méthodes pour la détermination des substances dangereuses, Londres, R-U, 1983.
- [19]Keller W.D., Rickett E.E., Absorption Of Infred Radiation By Power Silicamineral, "Amer-Mineral",p.174,1952.
- [20]Plousnina I.I, Spectres Infrarouges des Minéraux, Moscou, p.175, 1977.
- [21]Fuerstenau, M.C., Wakawa, B.M., prix, R.K. et Wellick, R.D., « toxicité des collecteurs sulfhydryliques choisis à la truite arc-en-ciel », transactions de la société des ingénieurs des mines, 256, Pp. 337-341, 1974.

Introduction Générale.....	1
----------------------------	---

## **CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'adsorption des sulfures**

I.1 Introduction : .....	3
I.2. Théorie de flottation .....	3
I.3. Principe de la flottation:.....	4
I.4. Les différents types de flottation .....	6
I.4.1 Flottation naturelle .....	6
I.4.2. Flottation assistée .....	6
I.4.3. Flottation provoquée .....	7
I.5.L'utilisation de la flottation:.....	12
I.6. Réactifs de flottation: .....	13
I.6.1 Les collecteurs :.....	13
I.6.1.1. La classification des collecteurs :.....	14
I.6.2 Activant et déprimants .....	14
I.6.3 Agent modifiant ph .....	15
I.6.4. Moussants .....	15
I.6.5 Les conditions exigées aux réactifs de flottation .....	16
I.6.6. L'ordre d'adjonction des réactifs de la flottation .....	16
I.7. Flottation des sulfures métalliques .....	16
I.7.1. Minerai de sulfure.....	16
I.7.2 Les sulfures dans l'industrie minière .....	17
I.7.2.1 Minéralurgie ou concentration .....	17
I.7.2.2 Propriétés des sulfure.....	18

I.7.3. Réactifs de flottation .....	19
I.7.3.1. Collecteurs .....	19
I.7.3.2. Activant et déprimants .....	21
I.8. Potassium éthyle xanthate (KEX).....	22
I.8.1. Historique de l'utilisation de xanthate .....	22
I.8.2. Application .....	24
I.8.3 Type de xanthate .....	25
I.8.4. Propriétés physico-chimiques .....	25
I.8.4.1. Potassium Ethyle Xanthate (KEX).....	25
I.9. Méthodes d'analyses et détection .....	27
I.9.. Les méthodes analytiques .....	27
I.10. Décomposition des xanthates :.....	28
I.10.1. Solide .....	28
I.10.2. Solution aqueuse .....	28
I.11. Les facteurs de décomposition.....	28
I.11.1. Précipitation des xanthates:.....	28
I.11.2 Mécanisme d'adsorption de xanthate sur les sulfures .....	29

## **CHAPITRE II : Etude de l'adsorption sur la galène pbs**

II.1. Introduction.....	30
II.1.2 Propriétés physique de la galène.....	30
II.2. Techniques et appareillage utilisés .....	30
II.2.1. Spectroscopie infrarouge FTIR .....	30

II.2.2. Diffraction de rayons X(DRX) .....	30
II.3 Caractérisation de xanthate (KEX) .....	31
II.4 Caractérisation de potassium éthyle xanthate (KEX).....	32
II.5 Détermination qualitative de l'adsorption de potassium éthyle xanthate (KEX) sur le sulfure (PbS).....	32
II.5.1 Détermination qualitative de l'adsorption de potassium éthyle xanthate (KEX) par spectroscopie.....	33
II.5.2 Caractéristiques de la galène.....	34
II.5.2.1 Propriétés physique de la galène.....	34
II.6 Discussion des résultats.....	34
II.6.1 Etude de l'adsorption de xanthate KEX sur galène PbS.....	34
II.6.2.1 Caractérisation de la galène par rayon X.....	34
II.6.2.2 Caractérisation de la galène par spectroscopie.....	35
II.6.2.3 Détermination qualitative de l'adsorption de KEX( $10^{-2}$ M ; $10^{-3}$ M) sur la galène.....	35
II.6.2.3.1 Etude par la spectroscopie infrarouge de l'adsorption de KEX sur la galène.....	35
Conclusion Générale.....	42



## Résumé

Dans cette étude concernant l'utilisation des xanthates dans les procédés de flottation des sulfures. Ce travail a pour but de la détermination qualitative de l'adsorption de xanthate KEX ( $10^{-2}$  ;  $10^{-3}$ ) la surface la galène (pbs ; Pb-ex : 1030-1190) activée par  $\text{CuSO}_4$  ;  $\text{ZnO}_4$  ( $10^{-2}$  ;  $10^{-3}$ )

Mots clés : Xanthate KEX ; Adsorption; Sulfures; la galene

في هذه الدراسة فإننا نقترح بحث على استخدام كزانتات في عمليات التعويم كبريتيد ويهدف هذا العمل إلى تحديد

النوعي لامتصاص البوتاسيوم ايثيل كزانتات ( $10^{-2}$  ;  $10^{-3}$ ) KEX على سطح معدن الغالين منشط باستعمال  $\text{CuSO}_4$  ;

$\text{ZnO}_4$  ( $10^{-2}$  ;  $10^{-3}$ ) مما سمح باعطاء معلومات مباشرة على نوعية الامتصاص (Pbs ; Pb-ex :1030-1190)

الكلمات المفتاحية :كزونات ; الامتصاص ; الكبريتات ; الغالين